

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number :

06-196414

(43)Date of publication of application : 15.07.1994

(51)Int.Cl.

H01L 21/205

C30B 25/14

H01L 21/31

(21)Application number : 04-346217

(71)Applicant : KAWASAKI STEEL CORP

(22)Date of filing : 25.12.1992

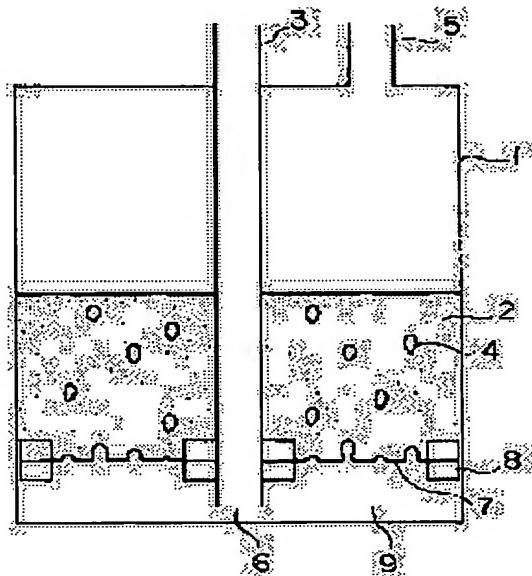
(72)Inventor : TAKAGI NOBORU  
KONDO HIDEKAZU

## (54) GAS SUPPLYING DEVICE FOR VAPOR GROWTH

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To vaporize and transport a liquid raw material, such as a high-viscosity organic metal, stably and efficiently without using a complicated device in a vapor growth method.

**CONSTITUTION:** A gas introducing tube 3 is provided in the center of a hermetic container 1 having a cylindrical internal surface and a gas discharge port 6 in the lower end of the tube 3 is made to position over 1mm from the inner bottom of the container 1. A perforated member 7 is provided at a position over 1cm from the upper part of the port 6. The size of holes in the member 7 is formed in a size of 0.1 to 2.0mm so as to prevent a liquid raw material from being dripped downwards by the surface tension.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-196414

(43)公開日 平成6年(1994)7月15日

(51)Int.Cl.  
H 01 L 21/205  
C 30 B 25/14  
H 01 L 21/31

識別記号 庁内整理番号  
9040-4C  
B

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数2(全4頁)

(21)出願番号 特願平4-346217

(22)出願日 平成4年(1992)12月25日

(71)出願人 000001258

川崎製鉄株式会社

兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

(72)発明者 高木 嘉

千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内

(72)発明者 近藤 英一

千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内

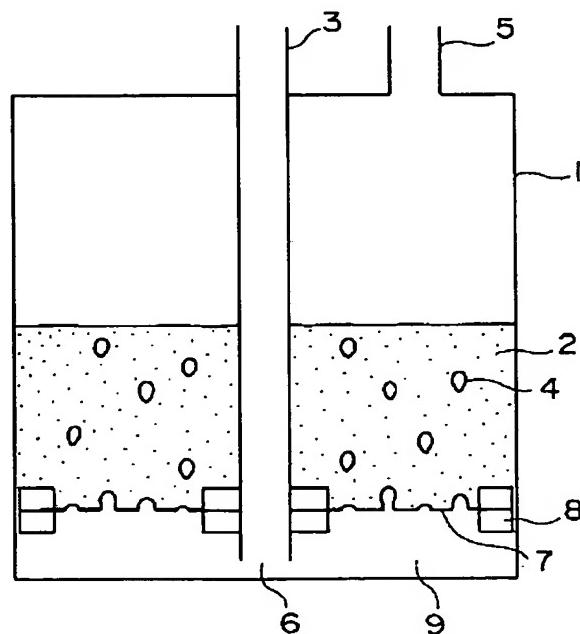
(74)代理人 弁理士 小杉 佳男 (外1名)

(54)【発明の名称】 気相成長用ガス供給装置

(57)【要約】

【目的】気相成長法において、粘性の高い有機金属など液体原料を複雑な装置を用いることなく、安定に効率よく気化輸送する。

【構成】円筒状の内面を有する気密容器1の中心にガス導入管3を設け、その下端のガス吐出口6を容器1の内底面より1mm上に位置させる。吐出口6の上方1cmの位置に、有孔部材7を設ける。有孔部材7の孔の大きさは液体原料が表面張力によって下方に滴下しないように、0.1mm~2.0mmとする。



1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 化学気相成長法における液体原料の蒸気を含んだキャリアガスの供給装置において、気密容器を、複数の貫通孔を有する有孔部材で上下室に区画し、上室にはガス導出管を取付けると共に有孔部材上に液体原料貯留部を形成し、下室にはキャリアガスを導入するガス導入管を開口させたことを特徴とする気相成長用ガス供給装置。

【請求項2】 前記各貫通孔の孔径が、0.1mm乃至2.0mmであることを特徴とする請求項1記載の気相成長用ガス供給装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は化学気相成長法(CVD法)におけるガス供給装置に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 CVD法において、液体原料蒸気を成膜反応室へ輸送するために、一般的な装置として、図4に示すような発泡気化装置(パラ)が用いられる。この装置では、気密容器1内に液体原料2が貯留されており、液体中に挿入したガス導入管3からキャリアガスを液体原料2中に導入して発泡させる。気泡4には液体原料の飽和蒸気が含まれ、このようにして得られた飽和蒸気圧の液体原料を含むキャリアガスが、容器上方のガス導出管5から出て、成膜反応室へ輸送される。

【0003】 金属薄膜あるいは半導体薄膜の形成に用いられる液体原料には各種あるが、トリメチルガリウム(TMG)、トリメチルアルミニウム(TMA)などの有機金属蒸気は、上記装置を用いて安定に効率よく発生輸送される。しかしジメチルアルミニウムハイドライド(DMAH)のように液体粘性の高い有機金属蒸気は、上記装置では安定に効率よく発生輸送されない。なぜならば粘性の高い液体では気泡4が異常に大きくなるからである。大きな気泡では気泡体積に対する気泡表面積の比が小さいため、キャリアガスは液体蒸気で飽和する前に液面に放出されるからである。また大きな気泡が液面で破裂する毎に気泡内ガスが放出されるため、ガス導出管5における圧力が不安定に脈動するという問題が生じる。

【0004】 これら問題点の対策として、特開平3-112892号公報にはガス導入管を複数個設け、かつ各導入管へのキャリアガス供給をオンオフするガス切換手段を設ける技術が示されている。しかしこの技術では、十分に小さな気泡を生じさせるには多数のガス導入管が必要とし、またガス切換手段を必要とするため、装置が複雑化する問題点がある。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、粘性の高い液体原料の飽和蒸気を、安定に効率よく発生輸送しようとするものであり、それを複雑な装置を用いることなく

実現しようとするものである。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明は、化学気相成長法における液体原料の蒸気を含んだキャリアガスの供給装置において、気密容器を、複数の貫通孔を有する有孔部材で上下室に区画し、上室にはガス導出管を取付けると共に有孔部材上に液体原料貯留部を形成し、下室にはキャリアガスを導入するガス導入管を開口させたことを特徴とする気相成長用ガス供給装置である。この場合に、前記各貫通孔の孔径を、0.1mm乃至2.0mmとすれば好適である。

【0007】 本発明者は粘性の高い液体は一般に表面張力が大きいという物性に着目した。すなわちパラのガス導入管のガス吐出口の上方に、パラの内部横断面を覆うように有孔部材を設置する。その有孔部材には表面張力が有効に作用する程度の開口サイズをもつ貫通孔を多数設ける。これにより有孔部材の下側に、液体原料の飽和蒸気に満ちた空間が確保されると共に、気泡は多数の微細な孔から液体原料中に発生することになり、所期の目的を達成することができる。

## 【0008】

【作用】 本発明の構成を図1に基づいて説明する。気密容器1にガス導入管3を設け、そのガス吐出口6が容器1の内部底面近くに存在するようにする。吐出口の上方に多数の貫通孔をもつ有孔部材7を設ける。各貫通孔は、表面張力が有効に作用する程度の開口サイズにする。このような有孔部材7は容器1の内部横断面を覆うように、保持材8により保持される。すなわち、図1及び図2に示すように、有孔部材7は保持材8によりガス導入管3に固定されると共に容器1の内面に密接するよう保持される。液体原料2は、有孔部材7及び保持材8で区切られた上方の空間に貯留される。この場合に液体原料2は、表面張力の作用により、有孔部材7の下方空間9へは滴下しない。また下方空間9は、液体原料2の飽和蒸気に満たされることになる。

【0009】 次に上記構成装置の作用について説明する。ガス導入管3から有孔部材7の下方空間9に導入されたキャリアガスは、そこを満たす液体蒸気と混合し、次いで有孔部材7の貫通孔を通って液体原料2中へ噴出し、気泡4を発生する。各貫通孔の開口サイズが小さいため、液体原料の粘性が高い場合にも気泡は小さなものとなる。このように気泡が小さく、及び発泡前のキャリアガスには、下方空間9の通過時に原料蒸気が混入することにより、気泡は液体原料の蒸気で容易に飽和することになる。また気泡は多数の貫通孔から分かれて放出されかつ各気泡体積が小さいため、ガス導出管5における圧力が脈動することも避けられる。

【0010】 なお、以上の説明から分かるように、液体原料が下方空間9に多少存在していても、本発明は有効に作用する。上述のように本発明では、有孔部材7の各

50

貫通孔の開口サイズを、表面張力が有効に作用する程度に小さくする必要がある。これについて以下説明する。貫通孔の開口部が直径Rの円形であると仮定すれば、液体2の表面張力 $\sigma$ による合力 $F_1$ は、 $F_1 = \pi R \sigma$ で与えられる。一方この開口部上の液体による重力 $F_2$ は、 $F_2 = (1/4) \pi R^2 h \rho g = (1/4) \pi R^2 M$ で与えられる。ここに $h$ は液体の深さ、 $\rho$ は液体の密度、 $g$ は重力加速度、 $M (= h \rho g)$ は液体の重量が開口部\*

### R [mm] 上限値

$\sigma$ [ $10^{-3}$ N/m]	M [kgw/m <sup>2</sup> ]			
	20	50	100	150
40	0.81	0.33	0.16	0.11
70	1.43	0.57	0.29	0.19
100	2.04	0.82	0.41	0.27

### 【0012】

【実施例】本発明の実施例を図1～図3に基づいて説明する。円筒状の内面を有する気密容器1の中心に上方から容器の下端近傍まで貫通するガス導入管3を設け、その下端のガス吐出口6を容器1の内底面上1mmに位置させる。吐出口6の上方1cmの位置に、有孔部材7を設ける。この有孔部材7はその部分拡大図を図3(a)に示すように、例えばステンレス線11を網状に編んで、多数の貫通孔(開口部)12を有するメッシュとして作ることができる。この有孔部材7は保持枠8により平面状に保持される。この保持枠8はその中心部がガス導入管3に固定され、周辺部が容器1の内周面に密接するように設置する。

【0013】上記貫通孔(開口部)12が0.5mm径であるメッシュ状有孔部材7を用い、液体原料2としてDMAHを100g貯留した場合に適用した。キャリアガスとして導入する水素流量を50sccmから300sccmまで変えて、ガス導出管5から流出するガスを調べると、いずれも飽和蒸気圧のDMAHが含まれていた。またガス導出管におけるガス圧の変動は1%以下であった。

【0014】なお、上記実施例では有孔部材7としてメッシュを用いたが、図3(b)に部分拡大図を示したように、板材に開口部12を穿孔した多孔板13を用いて

\*に及ぼす圧力である。 $F_1 > F_2$ であれば、表面張力の作用により、液体は貫通孔から滴下しない。すなわち $R < 4\sigma/M$ であればよいことになる。種々の $\sigma$ 及びMの値に対して、この条件を満たすRの上限値を表1に示す。通常の場合、使用する液体原料に応じて、Rは0.1mm乃至2.0mmの適当な値を選べば良い。

### 【0011】

### 【表1】

20 も良い。

### 【0015】

【発明の効果】本発明によれば気相成長法において、粘性の高い有機金属などの液体原料を、複雑な装置を用いることなく、安定的に効率良く気化輸送することができる。よって金属薄膜あるいは半導体薄膜の形成に好適である。

### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のガス供給装置の模式縦断面図である。

【図2】図1の装置の有孔部材面における平面図である。

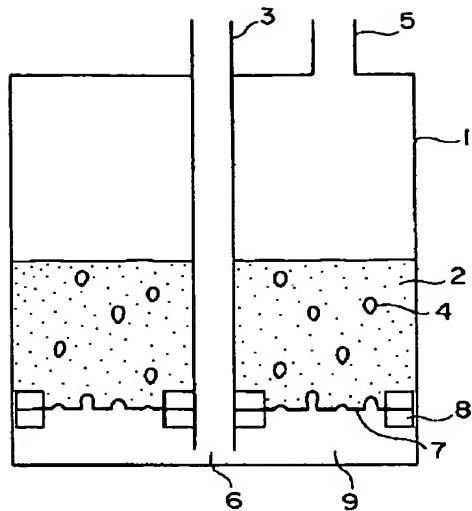
【図3】有孔部材7の部分拡大図である。

【図4】従来装置の模式図である。

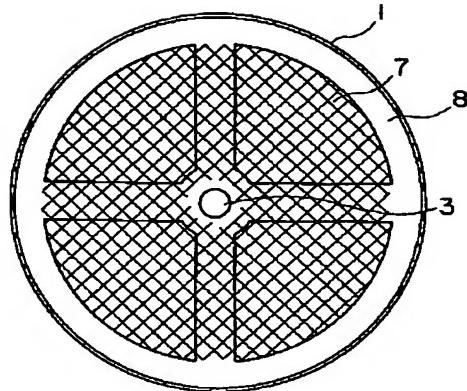
### 【符号の説明】

- 1 気密容器
- 2 液体原料
- 3 ガス導入管
- 5 ガス導出管
- 6 吐出口
- 7 有孔部材
- 8 保持枠
- 11 ステンレス線
- 12 貫通孔(開口部)
- 13 多孔板

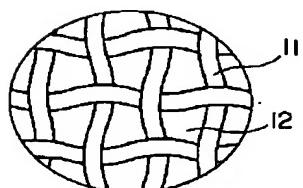
【図1】



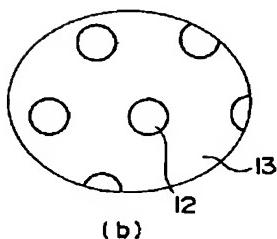
【図2】



【図3】



(a)



(b)

【図4】

